

УДК 666.3-127.7; 54.057

**СТРУКТУРНО-ФАЗОВОЕ СОСТОЯНИЕ И МИКРОСТРУКТУРА КОМПОЗИТОВ НА ОСНОВЕ
СИСТЕМЫ Ti_3SiC_2/Zr , ПОЛУЧЕННЫХ ИСКРОВОМ ПЛАЗМЕННЫМ СПЕКАНИЕМ
ПРЕКЕРАМИЧЕСКИХ БУМАГ**

Е.П. Седанова, Т.Л. Мурашкина, Е.Б. Кашкаров

Научный руководитель: профессор, д.т.н. А.М. Лидер

Национальный исследовательский Томский политехнический университет,

Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050

E-mail:eps4@tpu.ru

**PHASE COMPOSITION AND MICROSTRUCTURE OF COMPOSITES BASED ON Ti_3SiC_2/Zr -
SYSTEM OBTAINED BY SPARK PLASMA SINTERING OF PRECERAMIC PAPER**

E.P. Sedanova, T.L. Murashkina, E.B. Kashkarov

Scientific Supervisor: Prof., Dr. A.M. Lider

Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenina av., 30, 634050

E-mail:eps4@tpu.ru

Abstract. *This paper is devoted to the synthesis of composites based on Ti_3SiC_2/Zr -system using preceramic paper and Zr powder as feedstock. The composites of alternating layers of preceramic paper with Ti_3SiC_2 - powder filler and zirconium powder were sintered in spark plasma under pressure 50 MPa for 10-30 minutes at a temperature range from 1400 to 1600 °C. The influence of spark plasma sintering parameters on sintered materials' s microstructure and phase composition was analyzed.*

Введение. МАХ-фазы - класс тугоплавких материалов с уникальным сочетанием свойств металла и керамики, как жаропрочность, высокий модуль упругости, стойкость к окислению, теплопроводность и механическая обрабатываемость. Наиболее интересной с практической точки зрения является МАХ-фаза Ti_3SiC_2 [1], демонстрирующая высокие значения механических и термодинамических свойств. Материалы, необходимые для ее синтеза достаточно доступны, что обеспечивает низкую себестоимость производства. В работах [2, 3] рассмотрена возможность синтеза композитов на основе МАХ-фазы Ti_3SiC_2 путем спекания в искровой плазме (ИПС) прекерамических бумаг с порошковым наполнителем Ti_3SiC_2 : описано влияние параметров ИПС и концентрации порошка в бумагах на микроструктуру, состав и свойства синтезированных материалов, получены образцы плотных композитов Ti_3SiC_2 с прочностью на изгиб более 300 МПа. Показано, что применение прекерамических бумаг в качестве исходного сырья при ИПС позволяет быстро и эффективно получать композитные материалы за короткий по времени цикл спекания без предварительной обработки исходного сырья. Возможность выстраивания многослойных структур из бумаг предполагает различные варианты послойного армирования для повышения механических свойств композитов и создания градиентных структур при чередовании слоев бумаги с другими материалами.

Целью данной работы являлось исследование влияния параметров ИПС на структурно-фазовый состав и микроструктуру материалов на основе системы $\text{Ti}_3\text{SiC}_2/\text{Zr}$, полученных при спекании многослойного композита с чередованием слоев прекерамических бумаг Ti_3SiC_2 и металлического порошка циркония.

Материалы и методы. Для синтеза образцов керамических композитов на основе системы $\text{Ti}_3\text{SiC}_2/\text{Zr}$ использовалась прекерамическая бумага с наполнителем Ti_3SiC_2 и порошок металлического циркония (средний размер частиц порядка 30 мкм). Соотношение элементов в системе рассчитывалось для достижения различного стехиометрического состава $(\text{Ti}_{1-x}\text{Zr}_x)_3\text{SiC}_2$, где значение x изменялось от 0 до 0,5. Формирование композита осуществлялась путем послойной укладки листов бумаги, между которыми находился порошок циркония.

Получение керамических композитов осуществлялось на установке искрового плазменного спекания SPS 10-4 (Advanced Technology, США). Образец из слоев прекерамической бумаги и циркония помещался между двумя пуансонами в графитовую оснастку. Для обеспечения хорошей проводимости между оснасткой и спекаемым материалом была проложена графитовая бумага. Спекание осуществлялось в среде вакуума. Температура спекания варьировалась в диапазоне от 1400 до 1600 °С, давление спекания составляло 50 МПа, время выдержки под давлением – от 10 до 30 минут.

Анализ структурно-фазового состояния композитов осуществлялся методом рентгеновской дифракции на дифрактометре Shimadzu XRD 7000S ($\text{CuK}\alpha$ излучение), оборудованном высокоскоростным 1280-канальным детектором OneSight. Исследование микроструктуры поверхности, распределение элементов и фрактографический анализ проводили с помощью сканирующего электронного микроскопа Vega3 (TESCAN, Чехия) с приставкой для энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии (ЭДС, Oxford Instruments). Поверхность образцов перед микроструктурными исследованиями подвергалась шлифовке и полировке с использованием карбидокремниевых бумаг с маркировками по ISO от 60 до 2000 и алмазными суспензиями с зернистостью до 6 мкм.

Результаты. Микроструктура полированной поверхности композитов на основе МАХ-фаз Ti_3SiC_2 с добавлением Zr, полученных при температуре 1400 °С представлена на рисунке 1. Принципиально изображения поверхности образцов, синтезированных при разных температурах, не имели существенных различий. Во всех случаях микроструктура была представлена основной МАХ-фазой $(\text{Ti},\text{Zr})_3\text{SiC}_2$ (яркий контраст), с равномерными вкраплениями фазы $(\text{Ti},\text{Zr})\text{C}$ (светлый контраст), также наблюдается небольшое количество микропустот (темные области).

На рисунке 2 показаны изображения поперечных шлифов композитов, синтезированных при разных температурах. Анализ микроструктуры поперечных шлифов показал, что порошок циркония прореагировал с матрицей из МАХ-фазы. Однако в структуре керамического композита на основе $(\text{Ti},\text{Zr})_3\text{SiC}_2$ наблюдаются следы присутствия циркония. Так же при анализе микроструктуры было отмечено, что увеличение температуры спекания системы $\text{Ti}_3\text{SiC}_2/\text{Zr}$ с 1400 до 1600 °С приводит к растрескиванию слоев композита, обогащенных цирконием.

Варьирование времени выдержки образцов при спекании сопровождается изменением объемного содержания фаз без значительных изменений параметров кристаллической решетки (рисунок 3). Минимальное содержание фазы TiC относительно $(\text{Ti},\text{Zr})_3\text{SiC}_2$ наблюдалось при выдержке 20 минут.

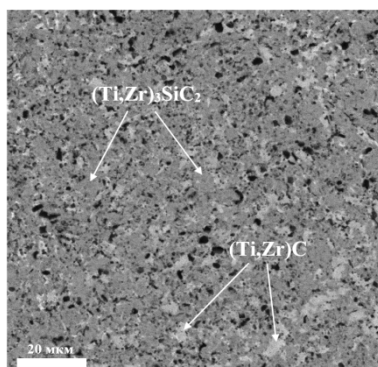


Рис.1. СЭМ изображение поверхности композита на основе системы Ti_3SiC_2/Zr , полученного при температуре 1400 °C и давлении 50 МПа

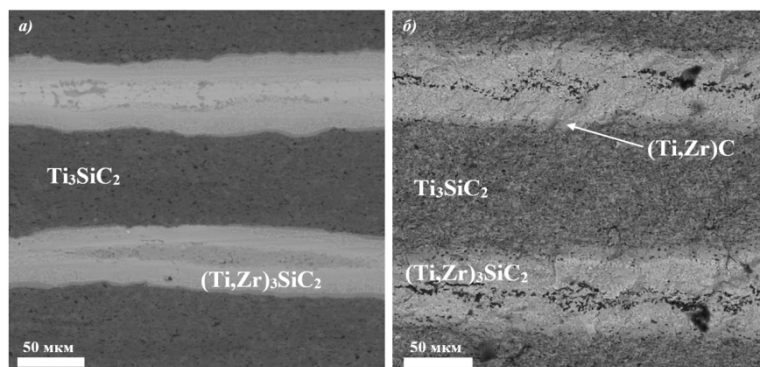


Рис.2. СЭМ изображение поверхности композита на основе системы Ti_3SiC_2/Zr , полученного при температуре 1400 °C (а) и 1600 °C (б) и давлении 50 МПа

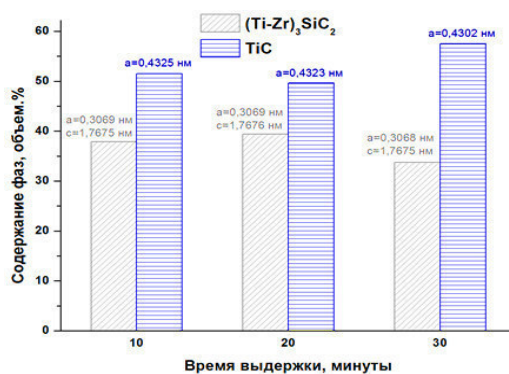


Рис. 3. Зависимость соотношения фаз для синтезируемых композитов на основе системы Ti_3SiC_2/Zr от времени спекания (1400 °C, 50 МПа)

Заключение. Было изучено влияние параметров ИПС на структурно-фазовый состав и микроструктуру композитов на основе системы Ti_3SiC_2/Zr . Установлено, что спекание прекерамических бумаг с наполнителем Ti_3SiC_2 и порошка циркония при температуре 1400 °C под давлением 50 МПа и выдержке 20 минут является оптимальным режимом ИПС для синтеза композитов данной системы.

Выполнено при финансовой поддержке РНФ (проект № 19-19-00192)

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Jeitschko W., Nowotny H. Die Kristallstruktur von Ti_3SiC_2 -ein neuer Komplexcarbidge-Typ // Monatshefte für Chemie-Chemical Monthly. – 1967. – V. 98., №. 2. – P. 329-337.
2. Kashkarov E.B. et al. Fabrication of paper derived Ti_3SiC_2 based materials by spark plasma sintering // Advanced Engineering Materials. – 2020. – V. 22. – №. 6. – P. 2000136.
3. Sedanova E. P. et al. SiC -and Ti_3SiC_2 -Based Ceramics Synthesis by Spark Plasma Sintering of Pre ceramic Paper // Journal of Physics: Conference Series. – 2020. – V. 1443. – №. 1. – P. 012007-012013.